



(19) RU (11) 2120353 (13) C1

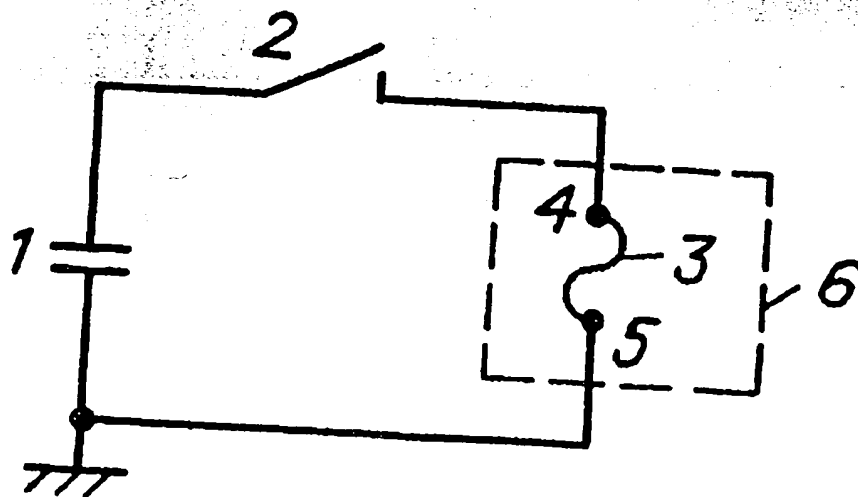
(51) 6 B 22 F 9/14

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ**
к патенту Российской Федерации

(21) 97115663/02 (22) 17.09.97
(46) 20.10.98 Бюл. № 29
(72) Седой В.С., Вадевич В.В.
(71) (73) Институт сильноточной электроники СО РАН
(56) Г.П.Глазунов и др. Некоторые свойства мелкодисперсных порошков, полученных электрическим взрывом проводников в газе высокого давления. Вопросы атомной науки и техники. Серия "Атомное материаловедение". 1978, вып. 1(1), с.21. RU 2033901 C1, 30.04.95. RU 2048277 C1, 20.11.95. SU 1639892 A1, 07.04.91. WO 88/01919 A1, 24.03.88. WO 95/03907 A1, 09.02.95. US 5294242 A, 15.03.94. FR 2222159 A1, 18.10.74. DE 3233402 C1, 05.01.84.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ
(57) Проволоку из чистых металлов (Al, Cu, W, Mo, Ni, Fe, Co, Ti, Pt, In и Ag и т.д.) или из различных сплавов подают в зазор между электродами непрерывно с помощью валков в геометрическую камеру, которую предварительно вакуумируют и наполняют азотом. Взрыв осуществляют в атмосфере азота при давлении, превышающем 13,3 Па. Применение изобретения позволяет повысить площадь удельной поверхности порошка и уменьшить затраты на его производство. 1 табл., 2 ил.



Фиг. 1

RU 2120353 C1

RU 2120353 C1

Изобретение относится к области получения высокодисперсных металлических порошков и может быть использовано при производстве сорбентов, катализаторов, биопрепаратов, в порошковой металлургии при получении низкокristаллических керамических материалов и композиционных сплавов.

Получение высокодисперсных металлических порошков осуществляется путем нагрева и электрического взрыва металлических заготовок под действием электрического тока.

Известны способы получения металлических порошков, основанные на диспергировании металлической заготовки при пропускании по ней электрического тока. Металлические порошки получают из материала электродов при плавлении их электрической дугой. По патенту US 3529776 (В 02 С 19/18) предложен способ получения металлических порошков при разряде между электродами в инертном газе. Размер получаемых частиц при этом составляет 0,1-1 мкм.

В способе получения металлических порошков по патенту SU1639892 (В 22 F 9/02, В 22 F 9/14) плавление заготовки осуществляют короткой дугой в распыленном потоке охлаждающей нейтральной жидкости. По патенту US 5294242 (В 22 F 9/00) электродуговой нагрев осуществляют в криогенной жидкости, ток 30-330 А пропускают между проволочными электродами. По заявке на патент Jp 52-9615 заготовку в виде ленты или пластины непрерывно подают между электродами и осуществляют ее импульсное плавление в вакууме или нейтральной среде.

Известные способы позволяют получать металлические порошки с размером частиц 0,1-1 мкм при низкой производительности процесса.

Более высокую дисперсность и производительность обеспечивают способы получения металлических порошков, основанные на импульсном нагреве и испарении заготовок - на методе электрического взрыва.

Известен способ получения высокодисперсных металлических порошков путем электрического взрыва проводников (Ti, Ni, Nb, W, Al, Mo, Ta, Fe) в инертном газе (Ar, He), при повышенном давлении [1, 2].

К недостаткам указанного способа относятся следующие.

Инертные газы (Ar, He, Xe) имеют низкую электрическую прочность, в пять раз меньше, чем, например, воздух или азот. Чтобы ток протекал по проволоке и приводил

к ее взрыву, необходимо поддерживать в камере высокое давление газа порядка 10^6-10^7 Па. В результате повышаются ударные нагрузки и требования к механической прочности камеры взрыва. С другой стороны, повышенное давление ограничивает скорость радиального расширения продуктов электрического взрыва и увеличивает их плотность. Образование частиц происходит при повышенной концентрации, увеличиваются размер частиц и ширина распределения частиц по размерам. В этих условиях получаемый порошок имеет низкую площадь удельной поверхности.

Задачей изобретения является повышение удельной поверхности металлического порошка и его активности, а также повышение экономических показателей способа.

Указанные результаты достигаются тем, что металлический порошок получают путем электрического взрыва металлической заготовки в атмосфере азота при пониженном, но превышающем 13,3 Па давлении. При давлении азота 13,3 Па и меньше взрыва не происходит, т.к. заготовка шунтируется разрядом в окружающем ее газе.

На фиг. 1 показан электрический контур реализации способа.

На фиг. 2 показана функциональная схема реализации способа.

В исходном состоянии конденсатор 1 (фиг. 1) заряжен до напряжения V_0 , ключ 2 разомкнут, проволока 3 подана в зазор между электродами 4 и 5. При замыкании ключа 2, конденсатор 1 разряжается через проволоку 3 и происходит взрыв проволоки. Взрыв осуществляют в герметичной камере 6.

Проволоку 3 подают в зазор между электродами 4 и 5 непрерывно с помощью валков 7 (фиг. 2) и катушки с запасом проволоки 8. Это может быть проволока из чистых металлов (Al, Cu, W, Mo, Ni, Fe, Co, Ti, Pt, In, Ag, и т.д.) или из различных сплавов.

Герметичную камеру взрыва 6 предварительно вакуумируют вакуумной системой 9 и наполняют азотом из газовой системы 10. Давление контролируется с помощью датчика 11 и поддерживают в нужных пределах.

После требуемого количества взрывов наработанный порошок собирают и проводят анализы собранного порошка: состав определяют рентгеноструктурным анализом и методами аналитической химии, площадь удельной поверхности определяют методами низкотемпературной адсорбции и электронной микроскопии.

В таблице представлены значения площади удельной поверхности образцов алюминиевого порошка (S , $\text{м}^2/\text{г}$), состава и условия их получения: газ, давление газа (P , Па), введенная в алюминиевую проволоку энергия w , отнесенная к энергии сублимации алюминия w_s (w/w_s).

В качестве примера выбран алюминий, потому что алюминий является одним из наиболее активных металлов, легко образующих нитрид.

Из таблицы видно, что получение алюминиевого порошка по предлагаемому способу существенно повышает площадь удельной поверхности. При давлении в камере взрыва $P=13,3$ Па и менее взрыва заготовки не происходит, т.к. электрический ток протекает по окружающей проволоку газу. Анализ показывает, что содержание азота в алюминиевом порошке как нитридного так и адсорбированного, не превышает 1,5 мас. %.

При низком давлении газа азотирования не происходит, были получены металлические порошки с суммарным содержанием азота менее 0,1 мас. %.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения металлических порошков путем электрического взрыва металлической заготовки в газовой атмосфере, отличающийся тем, что взрыв осуществ-

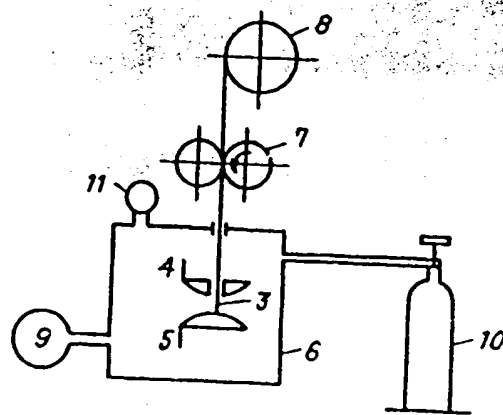
Предлагаемый способ более экономичен не только из-за использования более дешевого газа, но и низкого давления в камере взрыва и соответственно пониженных требований к механической прочности камеры. Как видно из таблицы, полученные порошки по предлагаемому способу не требуют высоких энергозатрат, не требуют высоких значений введенной энергии.

Таким образом, предлагаемый способ экономичен и позволяет существенно увеличить площадь удельной поверхности порошка.

Источники информации

1. Г.П. Глазунов, В.П. Канцедал, Л.А. Корниенко и др. Некоторые свойства мелкодисперсных порошков, полученных электрическим взрывом проводников в газе высокого давления. Вопросы атомной науки и техники. Серия "Автономное материаловедение", 1978, вып. 1(1), с. 21.

2. Ю.А. Котов, Н.А. Яворовский. Исследование частиц, образующихся при электрическом взрыве проводников. Физика и химия обработки материалов, N 4, 1978, с.24-29.



Фиг.2

ляют в атмосфере азота при давлении, превышающем 13,3 Па.

Таблица

№ п/п	Газ	P, 10 ⁵ Па	w/w ₀	S, м ² /г	Δ1, %	Приме- чание
1	Аргон	3,70	1,5	4,5	-	Прототип
2	-,,-	3,70	0,7	1,3	96	-,,-
3	Азот	0,47	0,7	13,0	96	Предла-
4	-,,-	0,47	1,2	29,4	95	гаемый
5	-,,-	0,20	0,7	50,0	-	-
6	-,,-	0,20	1,1	64,0	97	способ

Заказ *255* Подписное
 ФИПС, Рег. ЛР № 040921
 121858, Москва, Бережковская наб., д.30, корп.1,
 Научно-исследовательское отделение по
 подготовке официальных изданий

Отпечатано на полиграфической базе ФИПС
 121873, Москва, Бережковская наб., 24, стр.2
 Отделение выпуска официальных изданий

[Seal]

(19) RU (11) 2,120,353 (13) C1

(51) [Int. Cl.]⁶ B 22 F 9/14

RUSSIAN AGENCY FOR PATENTS
AND TRADEMARKS

**(12) DESCRIPTION OF INVENTION
for a Patent of the Russian Federation**

(21) 97115663/02 (22) Sept. 17, 1997

(46) October 20, 1998, Bulletin No. 29

(72) Sedoi, V. S., Valevich, V. V.

(71) (73) SO RAN Institute of High-Current Electronics

(56) G.P. Glazunov et al., Some properties of finely dispersed powders, obtained by electrical detonation of wire in high-pressure gas. Problems of Atomic Science and Technology. Series: "Atomic Materials Science". 1978, No. 1 (1), p. 21. RU 2,033,901 C1, April 30, 1995. RU 2,048,277 C1, November 20, 1995. SU 1,639,892 A1, April 7, 1991. WO 88/01919 A1, March 24, 1988. WO 95/03907 A1, Feb. 9, 1995. U.S. 5,294,242 A, March 15, 1994. FR 2,222,159 A1, Oct. 18, 1974. DE 3,233,402 C1, Jan. 5, 1984.

(54) PROCESS FOR OBTAINING METAL POWDERS

(57) Wire of pure metals (Al, Cu, W, Mo, Ni, Fe, Co, Ti, Pt, In and Ag, etc.) or of various alloys is continuously delivered in the gap between the electrodes by means of rollers, into the geometric chamber, which has been previously evacuated and filled with nitrogen. The detonation is conducted in a nitrogen

atmosphere under a pressure which exceeds 13.3 Pa. The application of the invention permits increasing the unit surface area of the powder and decreasing losses in its production. 1 table, 2 figures.

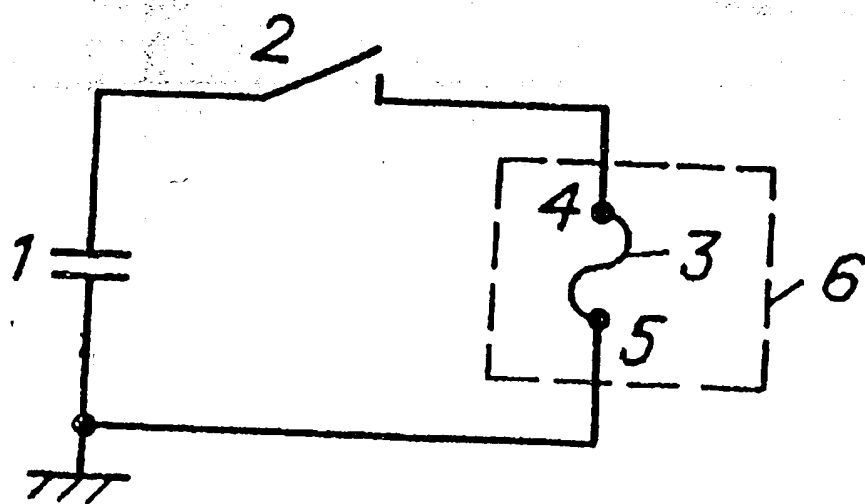


Fig. 1

The invention relates to the field of obtaining highly dispersed metal powders and can be applied in the production of [ad]sorbents, catalysts, biological preparations, in powder metallurgy for obtaining low-crystalline ceramic materials and compound alloys.

Highly-dispersed metal powders are obtained by the heating and electrical detonation of metal blanks under the action of an electric current.

The obtaining of metal powders based on the dispersion of metal blanks by transmission of an electric current through them is well-known. Metal powders are obtained from electrode material by melting them with an electrical arc. According to U.S. Patent 3,529,776 (B 02 C 19/18), a method is proposed for obtaining metal powders by discharge between electrodes in an inert gas. The size of the obtained particles here amounts to 0.1-1 μm .

In the process of obtaining metal powders according to the SU Patent 1,639,892 (B 22 F 9/02, B 22F 9/14), blanks are melted by means of a short arc in a sprayed-in flow of cooling neutral liquid. According to U.S. Patent 5,294,242 (B 22F 9/00), electric-arc heating is conducted in a cryogenic liquid, and a current of 30-330 A is passed between the wire electrodes. According to Japanese Patent Application JP 52[1977]-9615, blank material in the form of a ribbon or sheet is continually supplied between electrodes and subjected to pulse melting in vacuum or neutral medium.

The known processes permit obtaining metal powders with particle sizes of 0.1-1 μm with low process productivity.

The methods for obtaining metal powders that are based on pulsed heating and evaporation of blanks, i.e., based on the method of electrical detonation, guarantee a higher dispersion and a higher productivity.

A method is known for obtaining highly dispersed metal powders by means of electrical detonation of wires (Ti, Ni, Nb, W, Al, Mo, Ta, Fe,) in an inert gas (Ar, He), at elevated pressure [1, 2].

The following is a disadvantage of the indicated process:

Inert gases (Ar, He, Xe) have a low electrical strength, for example, five times lower than air or nitrogen. The fact that the current flows along the wire and leads to its detonation makes it necessary to maintain a high gas pressure of the order of 10^6 - 10^7 Pa in the chamber. As a result, shock stresses increase as does the requirement for the mechanical strength of the detonation chamber. On the other hand, the increased pressure limits the velocity of radial expansion of the products of electrical detonation and increase their density. The particles are formed with increased concentration, the size of the particles increases, and

the range of particle-size distribution increases. Under these conditions, the powder that is obtained has a low unit surface area.

The object of the invention is to increase the specific surface of the metal powder as well as its activity, and also to improve the economic factors of the process.

The indicated results are achieved in that metal powder is obtained by means of electrical detonation of metal blank in a nitrogen atmosphere at a lower pressure, but one that exceeds 13.3 Pa. With a nitrogen pressure of 13.3 Pa and lower, detonation does not actually occur, i.e., the blank is shunted by the discharge in the gas surrounding it.

Figure 1 shows the electrical diagram of the implementation of the process.

Figure 2 shows the functional diagram of the process implementation.

In the initial state, capacitor 1 (Figure 1) is charged up to a voltage V_0 , switch 2 is opened, and wire 3 is introduced into the gap between electrodes 4 and 5.

When switch 2 is closed, capacitor 1 discharges via wire 3 and the detonation of the wire occurs. Detonation takes place in hermetic chamber 6.

Wire 3 is continuously supplied into the gap between electrodes 4 and 5 by means of rollers 7 (Figure 2) and wire supply reel 8. This wire may be made of pure metals (Al, Cu, W, Mo, Ni, Fe, Co, Ti, Pt, In, Ag, etc.) or of various alloys.

The hermetic detonation chamber 6 has been evacuated beforehand by vacuum system 9 and filled with nitrogen from gas system 10. The pressure is controlled by means of monitor 11 and controlled within necessary limits.

After the required amount of detonation, the processed powder is collected and an analysis is conducted of the collected powder: the composition is determined by x-ray structural analysis and by methods of analytical chemistry, and the unit surface area is determined by methods of low-temperature adsorption and electron microscopy.

The values for the unit surface area of samples of aluminum powder (S , m^2/g), as well as the composition and conditions for obtaining these samples: gas, gas pressure (P , Pa), the energy w introduced into the aluminum wire, which is referred to aluminum sublimation energy w_s (w/w_s), are presented in the table.

Aluminum is selected as an example, due to the fact that aluminum is one of the more reactive metals that easily form nitride.

It can be seen from the table that the unit surface area for the aluminum powder obtained according to the proposed process substantially increases. With a pressure in the detonation chamber of $P = 13.3 \text{ Pa}$ and less, a detonation of the blank does not occur, i.e. the electrical current passes along the gas surrounding the wire. The analysis shows that the content of nitrogen in the aluminum powder as nitride, as well as absorbed nitrogen, does not exceed 1.5 wt.%.

With a low gas pressure, nitriding does not occur, and metal powders with a total nitrogen content of less than 0.1 wt% were obtained.

The proposed process is more economical not only because of the use of a less expensive gas, but also because of the low pressure in the detonation chamber and the consequently reduced requirements for the mechanical strength of the chamber. As can be seen from the table, obtaining powder according to the proposed process does not require high energy expenditure, and also does not require high quantities of introduced energy.

Thus, the proposed process is economical and permits substantially increasing the unit surface area of the powder.

Sources of information

1. G.P. Glazunov, V.P. Kantsedal, L.A. Kornienko et al., Some properties of finely dispersed powders, obtained by electrical detonation of wire in high-pressure gas. Problems of Atomic Science and Technology. Series: "Self-contained Materials Science", 1978, No. 1 (1), p. 21.
2. Yu.A. Kotov, N.A. Yavorovskii. Investigation of particles formed in the electrical detonation of wires. Fizika i khimiya obrabotki materialov, No. 4, 1978, pp. 24-29.

FORMULA OF THE INVENTION [CLAIM]

The process for obtaining metal powders by means of the electrical detonation of metal blank in a gas atmosphere *is characterized* by the fact that detonation is conducted in a nitrogen atmosphere at a pressure which exceeds 13.3 Pa.

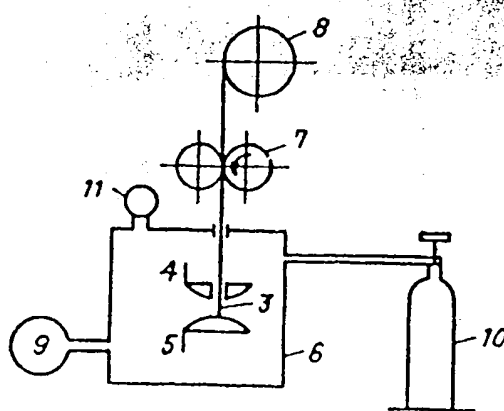


Fig. 2

* sic; "Atomic"?—Trans. note.

Table

Example No.	Gas	P, 10^5 Pa	w/w _s	S, m ² /g	Al, %	Notes
1	argon	3.70	1.5	4.5		prior art
2	"	3.70	0.7	1.3	96	"
3	nitrogen	0.47	0.7	13.0	96	proposed process
4	"	0.47	1.2	29.4	95	"
5	"	0.20	0.7	50.0	--	"
6	"	0.20	1.1	64.0	97	"

[Printing information is given at the bottom of the page]